# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.



#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11130914 A

(43) Date of publication of application: 18 . 05 . 99

(51) Int. CI

C08L 21/00 C08K 5/14

C08L 23/16

C08L 83/05

(21) Application number: 09299099

(71) Applicant:

SUMITOMO BAKELITE CO LTD

(22) Date of filing: 30 . 10 . 97

(72) Inventor:

SUGIZAKI ATSUSHI SHIBAHARA SUMIO TSUJIMOTO MOTOYOSHI

**IWASA TAKESHI** KOHARA SHIGEYOSHI

#### (54) RUBBER COMPOSITION

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a rubber compsn. excellent in rubber elasticity and long-term reliability.

SOLUTION: This compsn. is prepd. by crosslinking a

mixture comprising 100 pts.wt. double-bond-contg. rubber ethylene-α-olefin-nonconjugated copolymer rubber), 0.5-30 pts.wt. silicon compd. having at least two SiH groups, 0.001-0.5 pt.wt. complex of a transition metal of the group 8, 9, or 10, and 0.05-5 pts.wt. org. peroxide.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

## (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平11-130914

(43)公開日 平成11年(1999)5月18日

(51) Int.Cl. 6		識別記号	FΙ	
C 0 8 L	21/00		C 0 8 L	21/00
C08K	5/14		C 0 8 K	5/14
C 0 8 L	23/16		C 0 8 L	23/16
	83/05			83/05

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全 9 頁)

(21)出顧番号	<b>特顧平9-299099</b>	(71)出顧人 000002141
()		住友ベークライト株式会社
(22)出顧日	平成9年(1997)10月30日	東京都品川区東品川2丁目5番8号
		(72)発明者 杉崎 敦
		東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
		ベークライト株式会社内
		(72)発明者 柴原 澄夫
		東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
		ベークライト株式会社内
		(72)発明者 辻本 素芳
		東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
		ペークライト株式会社内
		H Ab W Lands A
		最終頁に続く

#### (54) 【発明の名称】 ゴム組成物

### (57)【要約】

【課題】 ゴム弾性及び長期信頼性に優れたゴム組成物 を提供すること。

【解決手段】(a)不飽和二重結合含有ゴム

- (b) 分子内にSiH基を2つ以上有するシリコン系化
- (c)第8、9または10族遷移金属錯体
- (d)有機過酸化物

からなる混合物を熱処理して得られたゴム組成物であ る。

20

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 不飽和二重結合含有ゴム

- (b) 分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系 化合物
- (c) 第8、9又は10族遷移金属錯体
- (d) 有機過酸化物

からなる混合物を架橋して得られることを特徴とするゴ ム組成物。

【請求項2】 (a) 不飽和二重結合含有ゴム100重 量部に対して

- (b) 分子内にSiH基を2つ以上有するシリコン系化 合物0.5~30重量部
- (c) 第8、9又は10族遷移金属錯体0.001~ 0.5重量部
- (d) 有機過酸化物0.05~5重量部 からなる混合物を架橋して得られることを特徴とするゴ ム組成物。

【請求項3】 不飽和二重結合含有ゴム (a) がエチレンーα・オレフィンー非共役ジエン共重合体ゴムである 請求項1又は2記載のゴム組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ゴム組成物に関するものである。さらに詳しくは、ゴム弾性、耐熱性、機械強度、押出加工性に優れ、耐光性が良好で調色性に非常に優れ、さらに衛生性に優れるため食品用途、医療用途も含めた各種成形物の素材として使用できる架橋ゴム組成物に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】架橋ゴムは、原料ゴムの可塑性を失くし 30 て、引張強度、引裂強度、弾性を向上させ、ゴムの熱的変化、摩耗を少なくするため、ゴム間を化学的に結合する能力を有する架橋剤によって架橋させたものである。架橋剤は硫黄系(促進剤も含む)架橋剤、過酸化物系架橋剤、樹脂系架橋剤、オキシム系架橋剤、金属酸化物系架橋剤、アミン系架橋剤、イオン系架橋剤等が挙げられるが、この中で一般的なものは硫黄系架橋剤、過酸化物系架橋剤である。硫黄系架橋剤は、最も一般的であり、種々の架橋促進剤、補強剤、架橋促進助剤などを組み合わせて低コストで高弾性、低クリープ性のものが得られ 40 ており、自動車部品、家電部品、電線被覆材、雑貨、履き物等の分野で利用されている。

【0003】しかしながら、硫黄架橋ゴムの場合、耐熱安定性が十分とはいえず、また非結合の化合物がブルームしてしまい、成型品の外観、耐老化性を悪化させてしまうという問題点がある。さらに、カーボンブラックのような補強剤を用いるため、着色の自由度は全くなく、また衛生性が要求される 食品用途、医療用途には用いることができない。一方、過酸化物架橋剤は、特に硫黄架橋できない飽和ゴムの架橋方法として用いられてお

り、機械特性、耐熱性、電気的性質の向上が図られている。しかしながら、有機過酸化物による架橋は、有機過酸化物に起因するラジカルにより架橋と同時にポリマー鎖の切断がおこることが知られており、ゴムの種類によっては架橋できないか、または強度の低下が著しい。

【0004】さらに、過酸化物架橋では、かなりの量の低分子量残留成分が系内に残るため、臭気をもっており、衛生性に問題がある場合がある。さらに、架橋剤として熱反応性アルキルフェノ―ル樹脂を用いることもできる。この架橋方法で得られるエラストマ―は、耐油性および高温下での形状回復性は十分であるが、アルキルフェノ―ル樹脂を用いているため耐光性が著しく悪く、調色の自由度が求められている自動車部品、家電用部品、電線被覆等の用途に用いることができない。さらに、フェノ―ルモノマ―が残留しているため、衛生性が悪く食品用途、医療用途には用いることができない。

【0005】また、英国特許第1118327号には、エチレンープロピレンージエン三元共重合体の架橋方法として、架橋剤にオルガノシロキサン化合物を用いハイドロシリル化反応で架橋して特性を向上するとの記載がある。しかし過酸化物の併用による特性の向上には言及していない。また、米国特許第5359113号には、水素化珪素化合物と不飽和化合物のハイドロシリル化反応中、触媒活性を維持する方法について述べられている。白金触媒の存在下における水素化珪素化合物と不飽和化合物のハイドロシリル化反応へ、過酸化物を加えると反応混合物中で白金触媒の触媒活性を維持するとの記載があるが、得られる組成物の特性の向上に関する記述はない。

【0006】本発明は、ゴム弾性、耐熱性、成形加工性をはじめとするバランスのとれた特性を有するオルガノシロキサン架橋系ゴムに対し過酸化物を少量添加することにより反応活性を著しく向上させ、さらに優れたゴム特性を有するゴム組成物に関するものである。

#### [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、不飽和二重結合含有ゴムを分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系化合物、第8、9又は10族遷移金属錯体及び少量の有機過酸化物で架橋させることにより、ゴム弾性、衛生性、押出加工性及び耐光性に優れたゴム組成物を提供することである。

#### [0008]

50

【課題を解決するための手段】架橋剤として耐熱性、耐光変色性及び衛生性に優れ、ゴムを選択的に架橋する特性を有する化合物を探索した結果、分子内にSiH基を2個以上持つ有機オルガノシロキサン化合物が上記目的に合致し、また、実用的な反応速度で架橋反応を起こさせるハイドロシリル化触媒を用いてゴムを架橋させることによって、調色が求められる用途、衛生性、長期信頼性が求められる用途も含めて広範囲にわたっての各種用途

2

に用いることができることを見いだした。更に、触媒として有機過酸化物を併用することによって、より優れた 圧縮永久歪みと長期信頼性を有するエラストマ―が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】すなわち本発明は、

- (a) 不飽和二重結合含有ゴム
- (b) 分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系 化合物
- (c) 第8、9又は10族遷移金属錯体
- (d) 有機過酸化物

を架橋して得られたゴム組成物である。

#### [0010]

【発明の実施の形態】本発明で用いられる不飽和二重結合含有ゴム(a)は特に限定されるものではなく、一般に市販されている主鎖及び又は側鎖に不飽和二重結合をもつゴム全般を指す。例をあげるとすれば、エチレンーα・オレフィンー非共役ジェン共重合体ゴム、ポリブタジエン、天然ゴム、スチレンーブタジエンランダム共重合体ゴム、スチレンーイソプレンランダム共重合体ゴム、スチレンーブタジエンブロック共重合体ゴム、スチレンーイソプレンブロック共重合体ゴム、スチレンーイソプレンブロック共重合体ゴムまたはアクリロニトリルーブタジエン共重合体ゴム等が挙げられる。これらのゴムは1種又は2種以上のブレンドであっても良い。

【0011】ここで用いられるエチレンー $\alpha$ ・オレフィンー非共役ジエン共重合体ゴムとしては、エチレン、 $\alpha$ ・オレフィン及び非共役ジエンからなる各種のオレフィン系ゴムが適用できる。 $\alpha$ ・オレフィンとしては炭素数  $3\sim1$ 5のものが好ましい。具体的な $\alpha$ ・オレフィンとしては、プロピレン、ブテンー1、ペンテンー1、オクテンー1、4ーメチルペンテンー1、4ーメチルペキセンー1、4,4ージメチルペンテンー1、ノネンー1、デセンー1、ウンデセンー1、ドデセンー1、1ートリデセン、1ーテトラデセン、1ーペンタデセンなどが好ましい。これらの中でも、プロピレンは、その入手が容易であること、得られるエラストマー組成物の耐衝撃性が優れることなどから特に好ましい。

【0012】非共役ジエンとしてはジシクロペンタジエン (DCPD)、5ー (2ーメチルー2ープテニル)ー2ーノルボルネン (MBN)、5ーメチレンー2ーノル 40ボルネン (MNB)、5ーエチリデンー2ーノルボルネン (ENB)、メチルテトラヒドロインデン (MTHI)、及び1、4ーヘキサジエン (HD)などを用いることが好ましい。これらの中でも入手の容易さからDCPD、ENB、HDが好ましく、とりわけ架橋性の観点からENBが最も好ましい。したがって、本発明に用いられるエチレンーα・オレフィンー非共役ジエン共重合体ゴムとしては、エチレンープロピレンーエチリデンノルボルネン共重合体が最も好ましい。\*

\*【0013】かかる共重合体ゴムのエチレン/α・オレ フィン比は、好ましいゴム弾性を得るため、重量比で5 0/50~90/10、さらに好ましくは60/40~ 80/20である。本発明に用いられるゴムのムーニ粘 度 [ML<sub>i+4</sub> (125℃)]は10~120、好ましく は40~100である。ゴムのムーニ粘度が10未満で あると分子量が非常に小さいため架橋されたゴムの自由 末端鎖の割合が大きくなり、圧縮永久歪みが大きくなる 傾向がある。一方、ムーニー粘度が120を超えると成 10 形加工性が著しく低下し好ましくない。なお、このよう なゴム成分には、パラフィン系オイルを予め溶融混練 (油展) し、見掛けのムーニ粘度を120以下に調整し たものが市販されており、これを用いることもできる。 また、ゴムのヨウ素価は反応性の指標となっており値が 大きいほど高活性を意味するが、本発明で用いられるゴ ム種では10~30、特に15~30の高活性種が好ま

【0014】本発明で用いられる分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系化合物(b)は不飽和基を含有するエチレンー $\alpha$ ・オレフィンー非共役ジエン共重合体ゴムを選択的に架橋させるための架橋剤である。また、第8、9又は10族遷移金属錯体(c)と有機過酸化物(d)は、この架橋反応を実用的な速度で進行させるために用いる架橋触媒であり、両者を併用することにより、架橋反応が促進し、優れた圧縮永久歪みを有するエラストマーが得られる。

【0015】分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系化合物による架橋とは、SiH基による、ゴム成分中の不飽和二重結合への選択的な付加反応(ハイドロシリル化)を用いたものである。ここで用いられる架橋剤は、2分子以上のゴムに対して付加するため、1分子中に2つ以上のSiH基を有する必要がある。

【0016】このようなシリコン系架橋剤の好ましい例としては、下記の環状オルガノハイドロジェンシロキサン(II)及び四面体オルガノハイドロジェンシロキサン(III)などのオルガノシロキサン構造を有する化合物及びこれらより誘導された化合物が挙げられる。ゴムの架橋密度を上げるにはシリコン系架橋剤のらiH基が多いほど好ましい。これらシリコン系架橋剤のうちでも分子内に5個以上のSiH基を有する線状ポリオルガノハイドロジェンシロキサン(II)が好ましく、より好ましくは10個以上であり、15個以上のものが最も好ましい。さらに、好ましい架橋剤としては、下記のII-②のようなSiH基を含有するユニットのみで構成されている線状オルガノハイドロジェンシロキサンが挙げられる。

[0017]

【化1】

5 環状オルガノハイドロジェンシロキサン( I )

【0018】 【化2】 線状オルガノハイドロジェンシロキサン (II)

[0019] [化3]

(5) R R R R 1 1 1 1  $R - Si - O - (Si - O)_n - (Si - O)_m - Si - R$ [1 - 3]1 R Н R R

R R R R 1 1 1  $H - S i - O - (S i - O)_n - (S i - O)_m - S i - H$ II - (5)1 1 1 R H R R

【0021】[式中、R(R')はそれぞれ独立に炭素数1から24のアルキル基及びアルコキシル基;フェニル基、アリール基並びにアリールオキシ基の中から選ばれた1種または2種以上の置換基であり、好ましくはメチル基である。nは2から100、好ましくは5から80、mは1から100、sは0から2の整数である。各々の置換基のRは同じものであっても異なっていてもよい。]

【0022】エラストマーの製造にあたり、前記シリコン系架橋剤の配合量は、ゴム成分100重量部に対して0.5~30重量部、好ましくは1~20重量部、さら

に好ましくは3~7重量部である。架橋剤の配合量がこれより少ないと、充分な架橋が得られずエラストマーのゴム特性が充分でない場合がある。一方、架橋剤の配合量がこれより多くてもその効果は殆ど増加せず架橋剤のブリードが生ずる場合がある。

【0023】第8、9又は10族遷移金属錯体(c)としては、ハイドロシリル化反応を促進するパラジウム、ロジウム、白金などの化合物や錯体が好ましい。具体的にはジクロロビス(アセトニトリル)パラジウム(II)、クロロトリス(トリフェニルホスフィン)ロジウム(I)、白金のビニルシロキサン錯体(カールステッド触媒)、塩化

a



ング剤等)が該当する。

白金酸等が挙げられる。この中で白金のビニルシロキサン**錯体が最も好ましい**。

【0024】これら第8、9又は10族遷移金属錯体は、材料中に高分散させるため、あらかじめ樹脂に練り込んでマスターバッチとして用いる方法、あるいは無機フィラーなどの固体成分に担持させて用いる方法が好ましい。練り込む樹脂としては、オレフィン系樹脂が好ましく、特にポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンーα・オレフィン共重合体が好ましい。担持させる固体成分としては、吸着能力を有する担体が用いられ、例えば10炭酸カルシウム、カーボンブラック、タルク、マイカ、硫酸バリウム、天然ケイ酸、合成けい酸(ホワイトカーボン)、酸化チタン等の無機フィラーが挙げられ、これらの中でも合成けい酸を用いることが好ましい。これら担体に担持された触媒の調製法は公知の方法を用いてよい。

【0025】またこの第8、9または10族遷移金属錯体の配合量は、ゴム成分100重量部に対して0.001~0.5重量部、好ましくは0.005~0.2重量部である。配合量が前記の範囲より少ないと反応速度が20遅くなり十分な架橋に至る時間が長くなる。一方、前記の範囲を越えても効果の増加はほとんどないばかりか最終製品の異物となる恐れがある。

【0026】有機過酸化物(d)としては、ジクミルパーオキサイト、 $\alpha$ 、 $\alpha$ ' - ビス(t - ブチルパーオキシジイソプロピル)ベンゼン、ジーt - ブチルパーオキサイト、t - ブチルクミルパーオキサイト、ジベンゾイルパーオキサイド、t + ブチルパーオキシ)へキサン、t + ブチルパーオキシピパレート、t + ブチルパーオキシーt + フェート等を用いることができる。

【0027】この有機過酸化物の配合量は、ゴム成分100重量部に対して、0.05~5重量部、好ましくは0.1~2重量部である。配合量が前記の範囲より少ないと有機過酸化物を用いた効果が現れず、前記の範囲を越えると成形加工性の低下や力学特性の低下を引き起こす場合がある。

【0028】本発明においては、得られる組成物の硬度を調整し、柔軟性を与える目的でパラフィン系オイルを必要に応じて添加してもよい。用いるパラフィン系オイルとしては、性状は37.8℃における動粘度が20~500cst、流動点が-10~-15℃および引火点が170~300℃を示すものが好ましい。パラフィン系オイルの好ましい配合量としてはゴム成分100重量部に対して160重量部以下であり、さらに好ましくは10~100重量部である。配合量160重量部を越えると軟化剤のブリードアウトを生じやすく、最終製品に粘着性を生じる恐れがあり、機械的性質を低下させる傾向がある。

【0029】本発明のゴムにおいてはさらに必要に応じ 50

て、無機充填剤を配合してもよい。この無機充填剤は、 増量剤として製品コストの低下をはかることの利益があ るばかりでなく、品質改良(耐熱保形、難燃性付与等) に積極的効果を付与する利点もある。このような無機充 填剤としては、例えば炭酸カルシウム、カーボンブラッ ク、タルク、水酸化マグネシウム、マイカ、硫酸バリウム、 天然ケイ酸、合成けい酸(ホワイトカーボン)、酸 化チタン等があり、カーボンプラックとしてはチャンネ ルブラック、ファーネスブラック等が使用できる。これ らの無機充填剤のうちタルク、炭酸カルシウムは経済的 にも有利で好ましい。さらに必要に応じて、各種添加剤 を添加することができる。添加剤の例をあげると、造核 剤、外滑剤、内滑剤、ヒンダードアミン系光安定剤、ヒ

ンダードフェノール系酸化防止剤、着色剤、難燃剤、シ

リコン系オイル(オルガノシロキサン、シランカップリ

10

【0030】本発明の不飽和二重結合含有ゴム(a)、 分子内にSiH基を2つ以上有するシリコーン系化合物 (b)、第8、9又は10族遷移金属錯体(c)及び有 機過酸化物(d)を混合し、熱処理を行う方法として は、通常のゴム組成物の製造に用いられる公知の方法の いずれも採用することができる。基本的には機械的溶融 混練方法であり、これらには単軸押出機、二軸押出機、 バンバリーミキサー、各種ニーダー、ブラベンダー、ロ ール等が用いられる。また、この際溶融混練する温度は 70℃~250℃、好ましくは100℃~200℃、せ ん断速度は50~2000/SEC好ましくは100~ 1000/SECの中から好適に選ぶことができる。こ こで得られたゴム組成物は熱硬化性であり一般に使用さ れる熱硬化性樹脂成型機を用いて成形することが可能で あって、押出成形、圧縮成形、トランスファー成形等の 各種の成形方法が適用可能である。

[0031]

【実施例】以下に示す実施例及び比較例において配合した各成分は次の通りである。

<成分a (1):EPDM**①**>

エチレンープロピレンーエチリデンノルボルネン共重合 体ゴム

出光DSM(株)製ケルタンK714 [プロピレン含量: 40重量%, ムーニ粘度 ML<sub>144</sub> (125℃):6 3, ヨウ素価:27]

<成分a (2):EPDM**②**>

エチレン-プロピレン-エチリデンノルボルネン共重合 体ゴム

出光DSM(株)製ケルタンK512 [プロピレン含量: 40重量%, ムーニ粘度 ML<sub>14</sub> (125℃):4 6, ヨウ素価:15]

【0032】<成分b (1):架橋剤**①**>日本ユニカー (株)製

[0033]



12 【化5】 \*【0034】<成分b(2):架橋剤②>日本ユニカー C H 3 CII CIIa (株)製 【化6】  $CH_3 - SiO - (SiO)_{16} - Si - CH_3$ 1 1 -1 C H <sub>3</sub> C H<sub>3</sub> Н CH s C H <sub>3</sub> CH: Н 1  $C_{12}H_{26}O - S_{1}O - (S_{1}O)_{3} - (S_{1}O)_{7} - S_{1} - OC_{12}H_{25}$ 1 C H 3  $CH_3$ CH<sub>3</sub> CHI

【0035】<成分c(1):白金のビニルシロキサン 錯体(白金触媒型)>ポリジメチルシロキサン中に溶解 した自金のビニルシロキサン錯体、白金2.0wt%、 を高密度ポリエチレン(比重0.95)中に95gに対 し5g配合し、溶融混練することにより調製した。 <成分 c (2):塩化白金酸(白金触媒②)>塩化白金 酸6水和物(安田薬品社製)の3重量%2-プロパノー ル溶液を調製し、この溶液10gをコロイダルシリカ (日本アエロジル製 アエロジル200) 100g中に 担持させて調製した。

<成分 c (3):ロジウム錯体 (ロジウム触媒型)>ビ スーシクロオクタジエンロジウム塩1gを低密度ポリエ チレン (比重0.923) 500g中に溶融混練するこ とにより調製した。

【0036】<成分d:有機過酸化物>ジクミルパーオ キサイド

<その他成分:オイル>出光興産(株)製ダイアナプロセ スオイルPW-380[パラフィン系プロセスオイル、 動粘度:381.6cst (40℃)、30.1 (100 ℃)、平均分子量746、環分析值: CA=0%、CN= 2 7%, CP= 7 3%]

【0037】《実施例1~9》表1及び表2の各実施例 に記載の成分のうち、成分 c と成分 d を除くすべての成 40 分をニーダーを用い約190℃にて20分溶融混練しロ ールシートにした。このロールシートを室温まで冷却 し、シートペレタイザーでペレット化した。このペレッ トを成分c及び成分dとドライブレンドし、再びニーダ を用いて樹脂温100℃~150℃になるような条件で 溶融混練した。この溶融混連物をロールでシート化し、 190℃にて加硫プレスにて、圧力100kg/c m²、時間20分の条件で圧縮成形を行った。以下諸物 性の評価を行い、実施例については表1、2に載せた。 【0038】《比較例1~4》比較例1では、ゴム成分 50

の架橋に有機過酸化物(d)のみを使用して行い、他は 実施例と同様に行った。比較例2では、有機過酸化物を 使用せず、シリコーン系架橋剤とロジウム触媒を用いて 実施例と同様に行った。比較例3では、ゴム成分の架橋 にアルキルフェノール樹脂 [Schenectady Chemicals社

SP1045] を5重量部及び架橋助剤 [塩化第一錫] 2重 量部を用いて実施例と同様に行った。比較例4では硫黄 系加硫剤を用いて実施例と同様に行った。硫黄系加硫剤 とは、酸化亜鉛5重量部、テトラエチルチウラムジスル フィド1重量部、2-ビス(ベンゾチアゾリル)ジスル フィド0.5重量部、硫黄1.5重量部からなる加硫剤 マスターである。

【0039】得られた各エラストマーの評価項目を以下 に示す。

#### 評 価

- (1) 硬度 (JIS K6301 Aタイプ)
- (2) 圧縮永久歪みCS [%] (JIS K6301、2 5%圧縮 70℃×22hrs、25℃×22hrs)
- (3) 耐光変色性試験

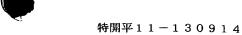
サンシャインウェザーメーターを用いて、83°C×10 00hrs処理を施し、色差を測定した

- (4) 衛生性試験
- 日本薬局第10改訂の輸液用ゴム栓試験法及び輸液用プ ラスチック容器試験法に準じて試験を実施した。合格の 場合は○、不合格の場合は×とした。

#### (5) 架橋性試験

振動式レオメーターとしてキュラストメーターV型を用 い、架橋特性を評価した。測定温度は180℃、測定時 間は10分で行った。架橋特性は、トルクの最大値(M H) ートルクの最小値 (ML) (kgf·cm) で評価した。 測定は、3回行い、その平均値とした。下記の表1、2 より明らかなように本発明のゴム組成物は、衛生性や耐 光変色性を損なうことなく、優れた圧縮永久歪みを実現

(8)



14

できる。 [0040]

## \*【表1】

	1				
	実 施 例	1	2	3	4
	EPDMO	1 0 0	0	100	1 0 0
組	EPDM2	0	1 0 0	0	0
成	架橋剤①	5	5	0	5
١.	架橋剤②	0	0	7	0
重	白金触媒①	5	5	5	0
盘	白金触媒②	0	0	0	5
部	有機過酸化物	0.5	0.5	0.5	0.5
	オイル	5 0	5 0	5 0	5 0
	硬度	4 7	3 9	4 6	5 1
物	CS(%) 25°C	8	1 5	1 0	1 3
	CS(%) 70°C	1 1	1 7	1 5	1 4
性	耐光変色性	9	8	8	8
	衛生性試験	0	0	0	0
	MH-NL	1 1	9	1 0	1 0
					1

[0041]

【表2】

		_	_	_	_	
<u> </u>	奥 施 例	<u> </u>	6	7	8 	9
İ	ером Ф	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0
組	EPDM2	0	0	0	O	0
成	架橋和①	5	5	5	5	5
	架橋剤②	0	0	0	0	0
重	白金蝕蝶①	1	5	5	5	5
量	白金触媒②	0	0	0	0	0
部	有機過酸化物	0.5	0.1	3	0.5	0.5
	オイル	5 0	5 0	5 0	0	100
	硬度	4 3	4 5	4 7	5 3	4 0
物	CS(%) 25°C	1 6	1 1	9	1 2	10
	CS(%) 70°C	2 1	1 2	9	1 4	10
性	耐光変色性	8	9	9	8	8
	衛生性試験	0	0	0	0	0
	MH-ML	9	1 0	1 2	1 0	1 1
L						1

[0042]

【表3】



16

<u></u>	比較例	1	2	3	4
組	ЕРОМФ	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0
成	架橋剤①	0	5	0	0
	ロジウム触媒の	0	5	0	0
臦	有機過酸化物	3	0	0	0
最	アルキルフェノール樹脂	0	0	5	0
部	塩化第一錫	0	0	2	0
	藏黄系加疏剂	0	0	0	7
	オイル	5 0	5 0	5 0	5 0
物	便度	4 5	4 4	5 1	5 0
	CS(%) 25°C	2 2	2 0	1 9	2 0
性	CS(%) 70°C	2 5	2 9	2 9	3 0
	耐光变色性	9	9	2 8	2 6
	衛生性試験	×	0	×	×
	MH-ML	8	4	1 0	_ 1 0
L		<u>.</u>			

[0043]

【発明の効果】本発明のゴム組成物は、従来困難であった優れた成形加工性性、圧縮永久歪み且つ優れた耐光変\*

\* 色性を実現した。更に、広い着色自由度、衛生性、長期 信頼性を有しているのでこれらの特性が求められる各種 用途に適用できる。

フロントページの続き

(72)発明者 岩佐 毅

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友 ベークライト株式会社内 ※ ※ (72) 発明者 古原 茂良

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友 ベークライト株式会社内